

Секция 5. Химическая технология редких элементов

мальные значения и находится в пределах 15–50 нм. При высоких значениях pH в результате коагуляции происходит резкий рост размеров частиц гидрозоля до 800–900 нм. При снижении величины pH ниже 1,5 очевидно, происходит растворение частиц дисперсной фазы, и исследуемая система становится гомогенной. В связи

с этим, размеры частиц в этой области значений pH дисперсионной среды не удалось определить методом светорассеяния.

Полученные данные изменения оптической плотности и гидродинамического радиуса от pH хорошо согласуются между собой.

Список литературы

1. Щербаков А.Б., Иванова О.С., Стивак Н.Я., Козик В.В., Иванов В.К. Синтез и биомедицинские применения нанодисперсного диоксида церия. – Томск: Издательский Дом ТГУ, 2016. – 476с.
2. Малова А.В., Гродский А.С., Белова И.А. // Коллоидный журнал, 2016. – Т.78. – №4. – С.450–457.

ИССЛЕДОВАНИЕ ПРИМЕНИМОСТИ ТИТРИМЕТРИЧЕСКОГО АНАЛИЗА ФТОР-ИОНА В РАСТВОРАХ ФТОРСОДЕРЖАЩИХ СОЛЕЙ

В.С. Кононенко

Научный руководитель – к.т.н., ассистент А.Д. Киселёв

Национальный исследовательский Томский политехнический университет
634050, Россия, г. Томск, пр. Ленина 30, vsk22@tpu.ru

В водных растворах ионы фтора способны образовывать прочные комплексные, иногда нерастворимые соединения с Al, Fe, Si, Zr, U, Ti и другими элементами. Некоторые соединения, например, AlF_3 , растворимы в воде, но очень мало диссоциируют и почти не подвергаются гидролизу [1]. Эти свойства соединений фтора широко используются в химическом анализе для определения и отделения ряда элементов, а также для определения ионов фтора [2].

Для методов, основанных на образовании или разложении соединений фтора, характерны следующие группы реакций:

- 1) осаждение труднорастворимых фторидов (CaF_2);
- 2) образование труднорастворимых комплексных соединений фтора (типа $\text{Na}_3[\text{AlF}_6]$);
- 3) образование растворимых малодиссоциированных соединений (ThF_4 или ZrF_4);

ированных соединений (ThF_4 или ZrF_4);

- 4) кислотно-основные реакции комплексных фторидов (образование кремнефторидов) [3].

За основу был взят ГОСТ 4518-75 на определение массовой доли фтористого аммония, в котором навеска препарата растворяется в воде с прибавлением раствора формалина и фенолфталеина и титруется раствором гидроксида натрия концентрации 0,5 моль/дм³ [4].

В данной работе проведено титрование различных фтораммонийных комплексов металлов, таких как, $(\text{NH}_4)_3\text{ZrF}_7$, $(\text{NH}_4)_2\text{TiF}_6$, $(\text{NH}_4)_2\text{FeF}_5$ и $(\text{NH}_4)_2\text{SiF}_6$. Данные соединения получены в лабораторных условиях. Методом рентгенофазового анализа установлено, что содержание полученных веществ не менее 98 %.

Навеска образца растворялась в 25 мл воды.

Таблица 1. Титрование фторсодержащих соединений

Соединение	$m_{\text{навески}}, \text{ г}$	$C_{\text{NaOH}}, \text{ моль/л}$	$V_{\text{NaOH}}, \text{ мл}$	$V_{\text{NaOH}}^{\text{теор}}, \text{ мл}$	Ошибка, %
$(\text{NH}_4)_2\text{SiF}_6$	0,100	1	4,47	4,49	0,45
$(\text{NH}_4)_3\text{ZrF}_7$	0,400		10,3	10,06	2,39
$(\text{NH}_4)_2\text{TiF}_6$	0,200		7,87	6,06	29,87
$(\text{NH}_4)_2\text{FeF}_5$	0,100		3,5	2,68	30,60
Смесь $(\text{NH}_4)_2\text{SiF}_6$ и $(\text{NH}_4)_3\text{ZrF}_7$	по 0,100		7,55	7,01	7,71

К полученному раствору приливалось 25 мл формалина с дальнейшим перемешиванием. В качестве индикатора использовался фенолфталеин в объеме 3–5 капель. Титрование проводилось до появления устойчивой розовой окраски раствора. Опыт осуществлялся не менее 3 раз.

Для различных веществ погрешность определения количества фтор-иона с помощью титрования раствором гидроксида натрия различна.

Погрешность при титровании раствора $(\text{NH}_4)_2\text{SiF}_6$ с растворенной навеской массой 0,100 г в среднем составила 0,45 %, раствора $(\text{NH}_4)_3\text{ZrF}_7$ с навеской 0,400 г – 2,39 %, смеси $(\text{NH}_4)_2\text{SiF}_6$ и $(\text{NH}_4)_3\text{ZrF}_7$ по 0,100 г каждого вещества – 7,71 %.

Погрешность при титровании раствора $(\text{NH}_4)_2\text{TiF}_6$ с растворенной навеской массой 0,200 г составила 29,87 %. Она обусловлена длительным выпадением осадка $\text{Ti}(\text{OH})_4$ в течение 24 часов.

Погрешность при титровании раствора $(\text{NH}_4)_2\text{FeF}_5$ с растворенной навеской массой 0,100 г составила 30,60 %, которая обусловлена выпадением осадка $\text{Fe}(\text{OH})_3$ желтого цвета, что мешает определению конечной точки титрования.

Метод титрования раствором NaOH прост в применении. В некоторых случаях погрешность титрования имеет допустимое значение (до 5 %), что говорит о целесообразности использования данного метода.

Список литературы

1. Шапиро С.А. Аналитическая химия: Учебник для учащихся техникумов / Шапиро С.А., Шапиро М.А. 3-е изд., испр. и доп. – М.: Высш. школа, 1979. – 384с.
2. Бабко А.К. Количественный анализ / Бабко А.К., Пятницкий И.В. 2 изд., пер. и доп. – М.: «Высшая школа», 1962. – 508с.
3. Гиллебранд В.Ф. Практическое руководство по неорганическому анализу / Гиллебранд В.Ф., Лендель Г.Э., Брайт Г.А., Гофман Д.И. – М.: Химия, 1966. – 1112с.
4. ГОСТ 4518-75. Реактивы. Аммоний фтористый. Технические условия. – Москва: Изд-во стандартов, 1998. – 8с.

СИНТЕЗ $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$ МЕТОДОМ СОЛЕВОГО ГИДРОЛИЗА

П.В. Корнев, М.В. Мاستрюков

Научный руководитель – д.х.н., профессор С.В. Чижевская

АО Государственный научно-исследовательский и проектный институт редкометаллической промышленности
111141, Россия, г. Москва, ул. Электродная 2, ras-kornev@rambler.ru

Современные требования к аккумуляторам предполагают, прежде всего, их долговечность, безопасность, надёжность в работе и невысокую стоимость. В связи с этим перезаряжаемые литий-ионные аккумуляторы (комбинация анода из металлического лития или литированного углерода и катода, способного к обратимой интеркаляции лития, например, из оксида лития или переходных металлов) вытесняют более громоздкие и менее энергоёмкие никель-кадмиевые и никель-металл-гидридные аккумуляторы, находя всё более широкое применение в различных областях техники.

В настоящее время наиболее перспективным анодным материалом для литий-ионных аккумуляторов является $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$ шпинельной структуры. Данный материал обеспечивает хорошие разрядные характеристики при среднем

потенциале 1,5 В. При этом в процессах интеркаляции и деинтеркаляции ионов лития деформация кристаллической решетки практически отсутствует, что позволяет выдерживать десятки тысяч циклов заряда-разряда без потери емкостных характеристик. Теоретическая удельная ёмкость заряда которого составляет $175 \text{ mA} \cdot \text{ч/г}$ (практическая обычно не превышает $150\text{--}160 \text{ mA} \cdot \text{ч/г}$).

Существует несколько основных способов синтеза титаната лития: твердофазный, золь-гель, гидротермальный и их разновидности.

Настоящие исследования направлены на изучение условий синтеза с применением титанового прекурсора, полученного из раствора тетраоксида титана методом солевого гидролиза.

Синтез $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$ методом солевого гидролиза раствора пентохлорида титана включал себя